

Pulp – Cara uji kadar selulosa alfa, beta dan gamma





Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Pengambilan contoh	1
5 Cara uji	1
6 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	6
Bibliografi	7



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Pulp - Cara uji kadar selulosa alfa, beta dan gamma* merupakan revisi dari SNI 14-0444-1989, *Cara uji kadar selulosa alfa, beta dan gamma dalam pulp*. SNI ini direvisi untuk keperluan standardisasi cara uji kadar selulosa alfa, beta dan gamma dalam pulp. Pengujian dapat dilakukan pada pulp yang telah diputihkan atau pulp yang telah terdelignifikasi. Penentuan kadar selulosa alfa, beta dan gamma dalam pulp berguna untuk menunjukkan kandungan selulosa dengan berat molekul tinggi (selulosa alfa), kandungan selulosa yang terdegradasi (selulosa beta) dan kandungan hemiselulosa (selulosa gamma), hasil proses pembuatan pulp dan atau proses pemutihan pulp. Standar ini disusun berdasarkan informasi dari literatur, pabrik pulp dan penelitian yang telah dilakukan di Balai Besar Pulp dan Kertas, Bandung.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis Perumus SNI 85-01, Teknologi Kertas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Panitia Teknis pada 23 Juli 2007 di Jakarta yang dihadiri oleh wakil-wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli, Asosiasi Pulp dan Kertas Indonesia dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 5 Mei 2008 s.d 5 Agustus 2008 dan langsung disetujui menjadi RASNI.



Pulp - Cara uji kadar selulosa alfa, beta dan gamma

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan cara uji untuk menentukan kadar selulosa alfa, beta dan gamma yang ada dalam pulp putih atau pulp yang terdelignifikasi.

2 Acuan normatif

Untuk acuan tidak bertanggal, sebaiknya digunakan dokumen normatif edisi terakhir.

SNI 1030, *Pulp - Cara pengambilan contoh*

SNI 7070, *Pulp dan kayu - Cara uji kadar air - Metode pemanasan dalam oven.*

3 Istilah dan definisi

3.1

selulosa alfa

bagian pulp yang tidak larut dan tahan terhadap larutan natrium hidroksida 17,5% dan 9,45% serta mempunyai berat molekul tinggi

3.2

selulosa beta

bagian pulp yang larut dalam larutan natrium hidroksida dan bisa diendapkan dengan larutan asam, merupakan bagian selulosa yang terdegradasi

3.3

selulosa gamma

bagian pulp yang tetap tertinggal dalam larutan dan kandungan utamanya terdiri dari hemiselulosa

4 Pengambilan contoh

Pengambilan contoh pulp dilakukan sesuai dengan SNI 1030, *Pulp-Cara pengambilan contoh.*

5 Cara uji

5.1 Prinsip uji

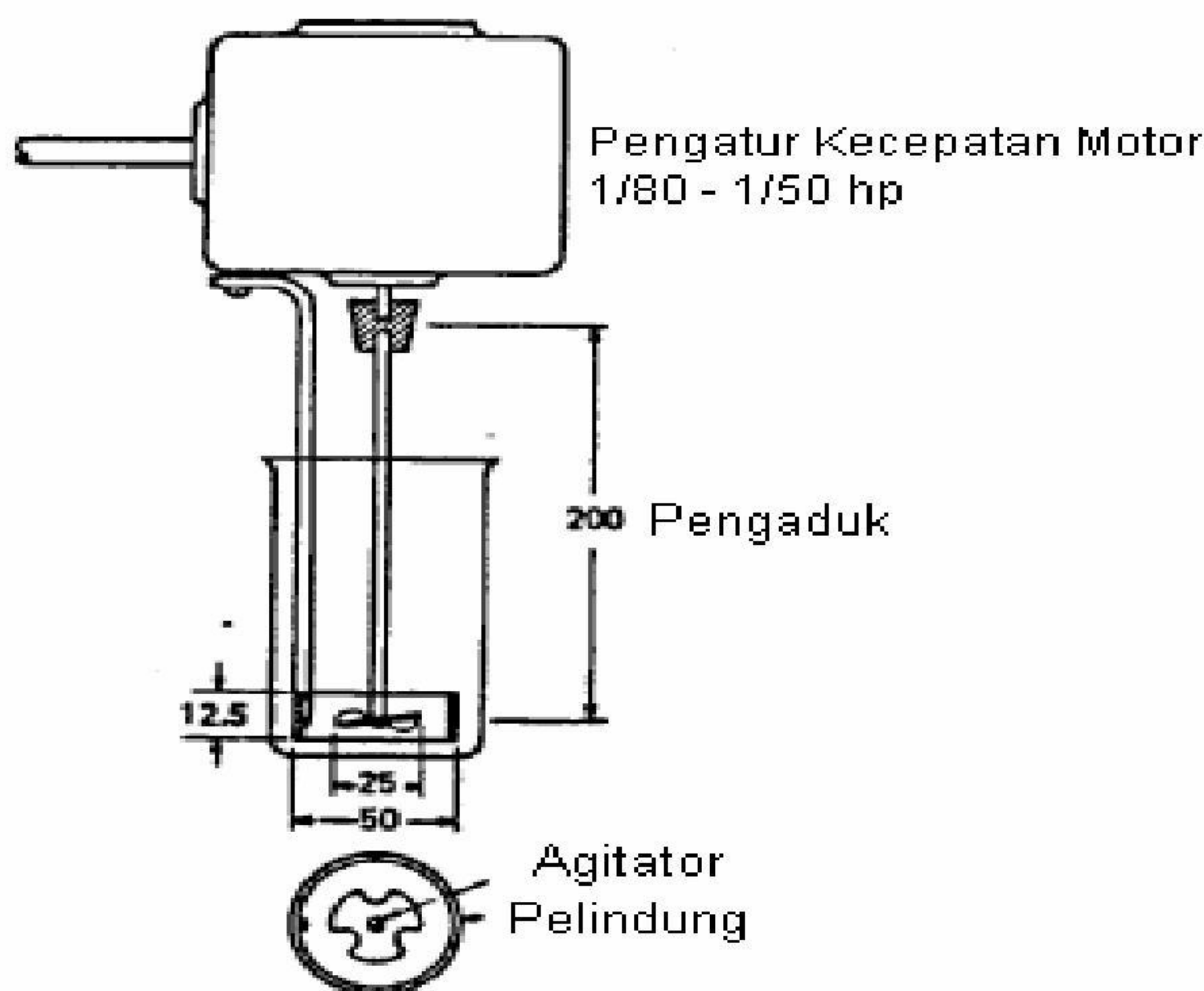
Pulp diekstraksi dengan larutan natrium hidroksida 17,5% pada suhu 25 °C Bagian terlarut yang terdiri dari selulosa beta dan gamma, dioksidasi oleh kalium dikromat kemudian ditentukan secara volumetrik, sedangkan selulosa alfa merupakan bagian yang tidak larut.

5.2 Bahan

- Larutan natrium hidroksida 17,5% b/b, bebas karbonat.
- Larutan kalium dikromat, 0,5 N.
Larutkan 24,52 g $K_2Cr_2O_7$ dalam aquades dan encerkan hingga 1000 mL.
- Larutan ferro ammonium sulfat, 0,1 N.
Larutkan 40,5 g $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ dalam aquades, tambahkan 10 mL asam sulfat pekat dan encerkan hingga 1000 mL.
- Fenantrolin-ferro sulfat (Indikator ferroin).
Larutkan 1,5 g 1,10-fenantrolin monohidrat, $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ dan 0,7 g $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ dalam 100 mL aquades.
- Asam sulfat pekat 96% - 98%.
- Asam sulfat 3 N.
Tambahkan 83,5 mL asam sulfat pekat ke dalam aquades dan encerkan hingga 1000 mL.

5.3 Peralatan

- Alat pendispersi pulp (Gambar 1), mempunyai pengatur kecepatan motor dan pengaduk baja tahan karat dengan pelindung. Kecepatan motor dan sudut baling-baling pengaduk harus disesuaikan sehingga tidak ada udara yang tertarik masuk ke dalam suspensi pulp selama mengaduk;



Gambar 1 Alat Pendispersi Pulp (Ukuran dalam mm)

- penangas air, untuk mengatur suhu $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$
- *stopwatch*;
- corong masir dengan ukuran 11 G2.
- gelas piala tinggi 300 mL;
- pipet volume 10 mL, 25 mL, 50 mL dan 75 mL;
- buret 50 mL;

- erlenmeyer 250 mL dan 300 mL;
- corong Buchner 250 mL;
- gelas ukur 25 mL, 50 mL dan 100 mL;
- batang pengaduk.

5.4 Persiapan contoh uji

5.4.1 Lembaran pulp kering udara

Cabik dengan tangan menjadi bagian kecil-kecil. Pencabikan dilakukan tanpa menggunakan alat mekanis.

5.4.2 Bubur pulp

Buat lembaran tipis dengan cara menyaringnya memakai corong Buchner, keringkan di udara terbuka lalu cabik-cabik menjadi bagian kecil-kecil.

5.5 Prosedur

5.5.1 Penentuan selulosa alfa

- a) Selama analisa jaga supaya suhu air dan natrium hidroksida tetap $25^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$.
- b) Panaskan corong masir dan botol timbang pada oven suhu $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ sampai berat tetap. Dinginkan dalam desikator sampai suhu kamar dan timbang dengan ketelitian 0,5 mg.
- c) Tentukan kadar air contoh uji sesuai dengan SNI 7070, *Pulp dan kayu - Cara uji kadar air - Metode pemanasan dalam oven*. Timbang dua contoh uji masing-masing $1,5\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ dengan ketelitian 0,1 mg.
- d) Masukkan contoh uji ke dalam gelas piala tinggi 300 mL dan tambahkan 75 mL larutan natrium hidroksida 17,5%, sebelumnya sesuaikan dulu pada suhu $25^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$. Catat waktu pada saat larutan natrium hidroksida ditambahkan.
- e) Aduk pulp dengan alat sampai terdispersi sempurna. Hindari terjadinya gelembung udara dalam suspensi pulp selama proses pengadukan.

CATATAN Beberapa pulp dapat terdispersi dengan mudah dengan pengadukan dan maserasi menggunakan batang pengaduk, tetapi dispersi sempurna sangat penting dan nilai selulosa alfa yang terlalu tinggi akan dihasilkan jika pulp tidak terdispersi dengan sempurna.

- f) Ketika pulp telah terdispersi, angkat pengaduk dan bersihkan pulp yang menempel pada ujung batang pengaduk. Cuci pengaduk dengan 25 mL larutan natrium hidroksida 17,5%, tambahkan ke dalam gelas piala, sehingga total larutan yang ditambahkan ke dalam pulp adalah 100 mL. Aduk suspensi pulp dengan batang pengaduk dan simpan dalam penangas $25^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$.
- g) Setelah 30 menit dari penambahan pertama larutan natrium hidroksida, tambahkan 100mL aquades suhu $25^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$ pada suspensi pulp dan aduk segera dengan batang pengaduk.
- h) Simpan gelas piala dalam penangas untuk 30 menit berikutnya sehingga total waktu ekstraksi seluruhnya sekitar $60\text{ menit} \pm 5\text{ menit}$.

- i) Setelah 60 menit, aduk suspensi dengan batang pengaduk dan tuangkan ke dalam corong masir. Buang 10 mL sampai 20 mL filtrat pertama, kemudian kumpulkan filtrat sekitar 100 mL dalam labu yang kering dan bersih. Pulp jangan dibilas atau dicuci dengan aquades dan jaga agar tidak ada gelembung yang melewati pulp pada saat menyaring.
- j) Pipet filtrat 25 mL dan 10 mL larutan kalium dikromat 0,5 N ke dalam labu 250 mL. Tambahkan dengan hati-hati 50 mL asam sulfat pekat dengan menggoyang labu (lihat catatan 2).
- k) Biarkan larutan tetap panas selama 15 menit (panaskan pada suhu 125 °C sampai 135 °C, kemudian tambahkan 50 mL aquades dan dinginkan pada suhu ruangan. Tambahkan 2 tetes sampai 4 tetes indikator ferroin dan titrasi dengan larutan ferro ammonium sulfat 0,1 N sampai berwarna ungu.

CATATAN 1 Jika tersedia, alat elektrometri seperti pentiter otomatis mungkin bisa digunakan tanpa penambahan larutan indikator untuk penentuan titik akhir titrasi, prosedur yang diterapkan bisa disesuaikan dengan alat yang digunakan.

CATATAN 2 Jika kelarutan pulp tinggi (kandungan selulosa alfa rendah) dan titrasi balik dikromat kurang dari 10 mL, kurangi volume filtrat menjadi 10 mL dan penambahan asam sulfat menjadi 30 mL.

- l) Lakukan titrasi blanko dengan mengganti filtrat pulp dengan 12,5 mL larutan natrium hidroksida 17,5% dan 12,5 mL aquades.

5.5.2 Penentuan selulosa beta dan gamma

- a) Pipet filtrat 50 mL ke dalam gelas ukur 100 mL bertutup. Tambahkan 50 mL asam sulfat 3 N dan aduk segera dengan membolak-balikkan gelas ukur tersebut.
- b) Panaskan gelas ukur tersebut dengan merendamnya dalam penangas air pada suhu sekitar 70 °C sampai 90 °C beberapa menit untuk mengkoagulasikan selulosa beta. Biarkan endapan mengendap sempurna beberapa jam, lebih baik satu malam, kemudian dekantasi atau saring jika perlu untuk mendapatkan larutan yang jernih.

CATATAN Alat sentrifugasi bisa digunakan untuk pemisahan selulosa beta agar lebih cepat setelah pengendapan.

- c) Pipet 50 mL larutan jernih dan 10 mL larutan kalium dikromat 0,5 N ke dalam labu 300 mL dan tambahkan dengan hati-hati 90 mL asam sulfat pekat. Biarkan larutan tetap panas selama 15 menit, kemudian lakukan titrasi seperti pada prosedur butir 5.5.1.k.
- d) Lakukan titrasi blanko dengan mengganti larutan dengan 12,5 mL larutan natrium hidroksida 17,5%, 12,5 mL aquades dan 25 mL asam sulfat 3 N.

5.6 Pernyataan hasil

5.6.1 Kandungan selulosa alfa

Kandungan selulosa alfa dihitung menurut rumus sebagai berikut:

$$X = 100 - \frac{6,85 (V_1 - V_2) \times N \times 20}{A \times W}$$

dengan pengertian:

- X adalah selulosa alfa, dinyatakan dalam persen (%);
 V₁ adalah volume titrasi blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL);
 V₂ adalah volume titrasi filtrat pulp, dinyatakan dalam mililiter (mL);
 N adalah normalitas larutan ferro ammonium sulfat;
 A adalah volume filtrat pulp yang dianalisa, dinyatakan dalam mililiter (mL);
 W adalah berat kering oven contoh uji pulp, dinyatakan dalam gram (g).

CATATAN Secara teoritis, 1 miliekivalen K₂Cr₂O₇ sesuai dengan 6,75 mg selulosa dan heksosan lainnya, dan 6,60 mg pentosan. Dalam kondisi saat pengujian ini oksidan yang dikonsumsi lebih sedikit, maka 1 miliekivalen K₂Cr₂O₇ setara dengan 6,85 mg selulosa dan karbohidrat terlarut lainnya.

5.6.2 Kandungan selulosa gamma

Kandungan selulosa gamma dihitung menurut rumus sebagai berikut:

$$Y = \frac{6,85 (V_3 - V_4) \times N \times 20}{25 \times W}$$

dengan pengertian:

- Y adalah selulosa gamma, dinyatakan dalam persen (%);
 V₃ adalah titrasi blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL);
 V₄ adalah volume titrasi larutan setelah pengendapan selulosa beta, dinyatakan dalam mililiter (mL);
 W adalah berat kering oven contoh uji pulp, dinyatakan dalam gram (g).

5.6.3 Kandungan selulosa beta

Kandungan selulosa beta dihitung menurut rumus sebagai berikut :

$$Z = 100 - (X + Y)$$

dengan pengertian:

- Z adalah selulosa beta dinyatakan dalam persen (%)

CATATAN Pada oksidasi pertama, bagian yang terlarut total (selulosa beta dan gamma) ditentukan, dan selulosa alfa dihitung sebagai bagian yang tidak larut berdasarkan perbedaan diantara jumlah pulp total (100%) dan bagian yang larut dalam satuan persen. Pada oksidasi kedua, hanya selulosa gamma yang ditentukan, dan selulosa beta didapatkan dari perbedaan antara oksidasi pertama dan oksidasi kedua.

5.7 Laporan hasil uji

Laporkan hasil uji sebagai rata-rata dari dua kali penentuan dengan ketelitian 0,1%.

6 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

6.1 Jaminan mutu

- a) Gunakan bahan kimia berkualitas murni.
- b) Gunakan seluruh peralatan yang bebas kontaminan.
- c) Gunakan alat ukur yang telah dikalibrasi dan atau diverifikasi.
- d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

6.2 Pengendalian mutu

Perbedaan hasil pengukuran dari dua kali penentuan lebih kecil atau sama dengan:

- 1) 0,4% untuk kandungan selulosa alfa;
- 2) 9,0% untuk kandungan selulosa beta dan
- 3) 8,5% untuk kandungan selulosa gamma.



Bibliografi

Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI) 203 cm-99: Alpha-, beta-, gamma- Cellulose in Pulp.













BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id